

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

2000P23630 W0

1/1 - (C) WPI / DERWENT
AN - 2000-139240 [13]
AP - JP19910218956 19910829; [Previous Publ. JP5052825] ; JP19910218956
19910829
PR - JP19910218956 19910829
TI - Analyzing ion present in minute quantities - involves switching-
direction valve so that water component is confined to cutting loop
IW - ION PRESENT MINUTE QUANTITY SWITCH DIRECTION VALVE SO WATER COMPONENT
CONFINE CUT LOOP
PA - (YOKG) YOKOGAWA DENKI KK
PN - JP3003310B2 B2 20000124 DW200013 G01N30/46 004pp
- JP5052825 A 19930302 DW200013 G01N30/46 000pp
IC - G01N30/14 ; G01N30/46 ; G01N30/78 ; G01N30/86
AB - (JP3003310)NOVELTY - The liquid containing minute quantities of ion
that is concentrated using concentration column is conveyed to the
first chromatographic column and the separation of ion is confirmed
with the detector. The water component in ion is confined in a cutting
loop and the ion is guided to second separation column where it is
further analyzed.
- USE - For analyzing ion present in minute quantities.
- ADVANTAGE - The analysis is not influenced by the presence of water.
- (Dwg.1/4)

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

1/1 - (C) PAJ / JPO
PN - JP59075151)A 19840427
PA - MITSUBISHI JUKOGYO KK
I - G01N31/08
TI - QUANTITATIVE ANALYZER BY GAS CHROMATOGRAPHY
AB - PURPOSE: To analyze an inorganic and an organic component quantitatively with high precision by providing a separation column, heat conductivity type gas analyzer, resistance column, hydrogen flame ion type gas analyzer, and two- pen recorder.
- CONSTITUTION: A constant amount of sample gas is admitted from a sample intake and carrier gas from a carrier gas cylinder 1 is supplied to the separation column 3; and then the sample gas is carried to the separation column 3 and adsorbed by silica gel 9. Respective components of the sample gas are separated by the flow of the carrier gas successively in the increasing order of adsorptivity and supplied to the heat conductivity type gas analyzer 5. Component gas passed through the gas analyzer 5 is supplied to the hydrogen flame ion type gas analyzer 7 through the resistance column 6. The recorder 8 inputs signals from both analyzers 5 and 7 and records measurement results one over another on the same recording paper in different colors by gas chromatography with two pens.

2000P23630 W0

2006/2/25/110

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭59—75151

⑫ Int. Cl.³
G 01 N 31:08

識別記号
1 4 7
1 4 4

庁内整理番号
6514—2G
6514—2G

⑬ 公開 昭和59年(1984)4月27日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ ガスクロマトグラフによる定量分析装置

⑮ 発 明 者 鈴田慶昭

長崎市飽の浦町1番1号三菱重
工業株式会社長崎研究所内

⑯ 特 願 昭57—185450

⑰ 出 願 昭57(1982)10月22日

⑱ 出 願 人 三菱重工業株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目5
番1号

⑲ 発 明 者 塚原千幸人

長崎市飽の浦町1番1号三菱重
工業株式会社長崎研究所内

⑳ 復 代 理 人 弁理士 鈴江武彦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

ガスクロマトグラフによる定量分析装置

2. 特許請求の範囲

(1) 吸着剤が充填されその吸着剤に吸着された試料ガスをキャリアガスの流通により成分ごとに順次分離させる分離カラムと、この分離カラムより供給された試料ガス成分を順次測定する熱伝導度形ガス分析器と、このガス分析器の出口側に接続し前記分離カラムおよび熱伝導度形ガス分析器の内部圧力を高める抵抗カラムと、この抵抗カラムを通過して供給された試料ガス成分を順次測定する水素炎イオン化形ガス分析器と、前記熱伝導度形ガス分析器および水素炎イオン化形ガス分析器からの信号を入力して各ガス分析器による測定結果をガスクロマトグラフにより同一記録紙上に重ねて記録する2ペン式記録計とを具備したことを特徴とするガスクロマトグラフによる定量分析装置。

(2) 前記水素炎イオン化ガス分析器の入口側

圧力を大気圧としたことを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載のガスクロマトグラフによる定量分析装置。

(3) 前記2ペン式記録計は、2つのガスクロマトグラフをそれぞれ異なる色で記録することを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載のガスクロマトグラフによる定量分析装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明は熱伝導度形ガス分析器と水素炎イオン形ガス分析器とを備えたガスクロマトグラフによる定量分析装置に関する。

周知のように、ガスクロマトグラフによる試料ガス成分の定量分析は、試料ガスを分離カラムに充填されたシリカゲル、アルミナ、活性炭等の充填剤に吸着させ、さらにヘリウム、アルゴン、水素等をキャリアガスとして流通させる。このとき試料ガス成分中、吸着剤に対する吸着力の弱いものから順次分離するので、この分離した成分ガスを連続的に測定することによりガス分析を行なうものである。

ここで、~~分離~~カラムの吸着剤より分離した試料ガス成分を測定する手段としては熱伝導度形ガス分析器、水素炎イオン化形ガス分析器等が知られている。

熱伝導度形ガス分析器は、ガスの種類によって熱伝導度が異なり、キャリアガスと、試料ガス中の各成分ガスとの熱伝導度差を求めると各成分ガスに相当するピーク面積比が各成分ガスの量にほぼ比例するという物理的性質を利用して定量分析を行なうものである。

また、水素炎イオン化形ガス分析器は、試料ガスに高純度水素ガスを加え、清浄な空気を助燃ガスとして送り燃焼させる。そして燃焼炎の周囲に正負の一定電圧をかけておくと試料ガス中に有機成分が存在すればそれが分解し、主として成分中の炭素が遊離炭素となって炭素粒を生じ、電子を放出してイオンとなりイオン電流を発生する。このとき放出されたイオン量が各成分ガスの量にほぼ比例するという物理的性質を

-3-

そこで、無機成分および有機成分のいずれも含有する試料ガスを定量分析しようとする場合、熱伝導度形ガス分析器および水素炎イオン化形ガス分析器に対して別々に分離カラムおよび記録計を設置しなければならず、したがって、構成が複雑になるとともに操作性も悪いという欠点があった。

また、有機成分についてはともかくとして、無機成分については高精度な定量分析を行ないにくい欠点もあった。

本発明はこのような事情にもとづいてなされたもので、その目的は、簡単な構成で無機成分および有機成分のいずれについても高精度な定量分析を行なうことができ、操作性もよいガスクロマトグラフによる定量分析装置を提供することにある。

以上の目的達成のため、本発明のガスクロマトグラフによる定量分析装置は、吸着剤が充填されその吸着剤に吸着された試料ガスをキャリアガスの流速により成分ごとに順次分離させる

-5-

利用し、イオン電流を測定することによって試料ガス中の有機成分の定量分析を行なうものである。

ところで熱伝導度形ガス分析器は試料ガス中の有機成分、無機成分のいずれも測定可能であるが、定量感度が悪く(下限で100 ppm程度)、しかも成分ガスによって感度にかなり大きな差異を生じる懸念がある。なお試料ガスの導入量を増せば感度が高められるが、分離カラムの容量には限度があり0.5~1.0 ml程度しか導入することができない。また、導入量を増量できたとしても、その場合はガスクロマトグラフ上における各成分ガスのピークが広がってピーク同志が重なり合うことになり、このため分離効率が低下するという問題があった。

一方、水素炎イオン化形ガス分析器はき酸以外のすべての有機成分に対して定量感度がすこぶる良好である(下限で1 ppm程度)が、無機成分に対してはまったく感じないので無機成分の分析には使えない。

-4-

分離カラムと、この分離カラムより供給された試料ガス成分を順次測定する熱伝導度形ガス分析器と、このガス分析器の出口側に接続し前記分離カラムおよび熱伝導度形ガス分析器の内部圧力を高める抵抗カラムと、この抵抗カラムを通過して供給された試料ガス成分を順次測定する水素炎イオン化形ガス分析器と、前記熱伝導度形ガス分析器および水素炎イオン化形ガス分析器からの信号を入力して各ガス分析器による測定結果をガスクロマトグラフにより同一記録紙上に重ねて記録する2ペン式記録計とを具備して構成される。

以下本発明の一実施例を、図面を参照して説明する。

第1図はガスクロマトグラフによる定量分析装置の概略構成を示すもので、図中1はキャリアガスとしてヘリウムを充填しているキャリアガスボンベ、2はキャリアガス流量計、3は約1.5 m長のU字形分離カラム、4は分離カラム3の入口部に設けられた試料導入口、5は熱伝

-6-

導度形ガ
抗カラム
8は2ペ
そこで
導入する
キャリアガ
の一定流量
ヤガスに
分離カラ
カラム9
流速によ
リカゲル
次分離し
る。そこ
れる成分
録計8へ
また、
分ガスは
化形ガス
カラム6

板成分ふ
分析結果
器7では
が得られ
2区
トグラフ
マトグ
測定結果
と、結果
果を示し
以上、
本発明の
置は、試
た試料カ
とに接続
ラムより
る熱伝
出口側に
形ガス
この抵抗

導度形ガス分析器、6は約0.5 m長のU字形抵抗カラム、7は水素炎イオン化形ガス分析器、8は2ペン式記録計である。

そこで、試料導入口4より試料ガスを一定量導入するとともにキャリアガスポンプ1内のキャリアガスを分離カラム3へたとえ50ml/minの一定流量で供給すると、試料ガスはこのキャリアガスによって分離カラム3へ移送され、まず分離カラム3内に吸着剤として充填されたシリカゲル9に吸着される。そしてキャリアガスの流通により試料ガスの成分中、吸着剤であるシリカゲル9に対する吸着力の小さいものから順次分離して熱伝導度形ガス分析器5へ供給される。そこで熱伝導度形ガス分析器5では供給される成分ガスを連続的に測定し、その信号を記録計8へ送出する。

また、熱伝導度形ガス分析器5を通過した成分ガスは抵抗カラム6を通過して水素炎イオン化形ガス分析器7へ供給される。なお上記抵抗カラム6は成分ガスを吸着するものではなく、

-7-

機成分および有機成分のいずれについても定量分析結果が得られ、水素炎イオン化形ガス分析器7では有機成分のみについての定量分析結果が得られることになる。

第2図はこのようにして得られたガスクロマトグラフの一例を示すもので、実際のガスクロマトグラフAは熱伝導度形ガス分析器5による測定結果を示し、破線のガスクロマトグラフBは水素炎イオン化形ガス分析器7による測定結果を示している。

以上、実施例にもとづいて説明したように、本発明のガスクロマトグラフによる定量分析装置は、吸着剤が充填されその吸着剤に吸着された試料ガスをキャリアガスの流通により成分ごとに順次分離させる分離カラムと、この分離カラムより供給された試料ガス成分を順次測定する熱伝導度形ガス分析器と、このガス分析器の出口側に接続し前記分離カラムおよび熱伝導度形ガス分析器の内部圧力を高める抵抗カラムと、この抵抗カラムを通過して供給された試料ガス

にガス流通の抵抗となるものであり、抵抗剤としてシマライトJ0が充填されている。これによって試料導入口4の圧力は約4kg/cm²Gまで高められ（従来は約2kg/cm²G）、熱伝導度形ガス分析器5内の圧力は約2kg/cm²Gまで高められる（従来は0kg/cm²G）。そして分離カラム3内の圧力も高められるため5ml程度の試料ガス導入が可能となる（従来は0.5~1.0ml程度）。また水素炎イオン化形ガス分析器7は抵抗カラム6の出口側に接続されているため、その内部圧力は従来通り0kg/cm²Gすなわち大気圧となる。

そして水素炎イオン化形ガス分析器7では抵抗カラム6を通過した成分ガスを連続的に測定し、その信号を記録計8へ送出する。

記録計8では熱伝導度形ガス分析器5および水素炎イオン化形ガス分析器7からの信号を入力して各ガス分析器5、7による測定結果をガスクロマトグラフにより同一記録紙11上に重ねて、かつ2本のペンでそれぞれ色分けして記録する。このとき熱伝導度形ガス分析器5では無

-8-

成分を順次測定する水素炎イオン化形ガス分析器と、前記熱伝導度形ガス分析器および水素炎イオン化形ガス分析器からの信号を入力して各ガス分析器による測定結果をガスクロマトグラフにより同一記録紙上に重ねて記録する2ペン式記録計とを具備したことを特徴とするものであり、熱伝導度形ガス分析器および水素炎イオン化形ガス分析器を抵抗カラムを介して接続し、共通の分離カラムおよび記録計を使用するものであるから簡単な構成となり、しかも試料ガスの導入が1回で済むので操作性も向上する。

また、抵抗カラムを設けたことにより分離カラムの圧力が高められるので、多量の試験ガスを吸着させることができ、熱伝導度形ガス分析器に多量の成分が流入することによってこの分析器における定量感度が高められる。しかも分離カラム内の試料ガスは高圧により成分の偏りが防止され、成分の偏りに起因する誤差の発生が防止される。さらに各成分ガスは熱伝導度形ガス分析器内部でも圧縮されているために、ガ

スクロマトグラフにおける各成分のピークが重なり合う不具合も生じず、各成分ごとに幅の狭いシャープなピークが得られ、いっそう高精度な定量分析結果を得ることができる。また水素炎イオン化形ガス分析器においても多量の成分が流入することによって定量感度は従来以上に高められることになる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を示す概略構成図、第2図は同実施例の定量分析装置で得られた分析結果を示すガスクロマトグラフ図である。

3…分離カラム、5…熱伝導度形ガス分析器、6…抵抗カラム、7…水素炎イオン化形ガス分析器、8…2ペン式記録計、9…吸着剤、11…記録紙。

出願人復代理人 弁理士 鈴 江 武 彦

特許庁長官

1. 事件の表示

特

2. 発明の名称

ガス

3. 補正をする
事件との関係

4. 復代理人

住所 東京府
千代田区

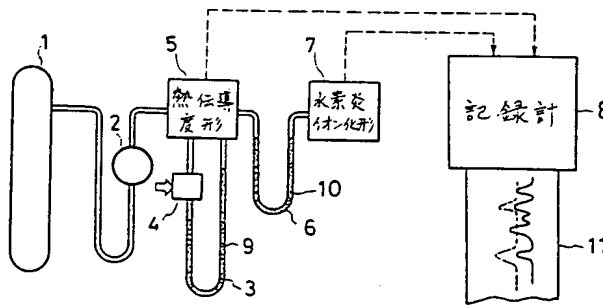
氏名 (58)

5. 自発補正

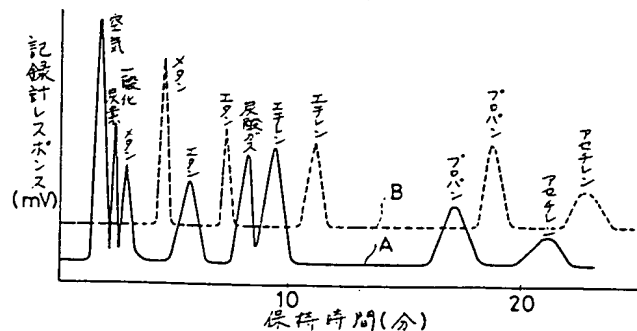
6. 補正の対
明細

-11-

第1図



第2図



手 続 補 正 書

昭和 58 年 3 月 10 日

特許庁長官 若 杉 和 夫 殿

1. 事件の表示

特願昭 57-185450 号

2. 発明の名称

ガスクロマトグラフによる定量分析装置

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

(620) 三菱重工業株式会社

4. 復代理人

住所 東京都港区虎ノ門1丁目26番5号 第17森ビル
〒105 電話 03 (502) 3181 (大代表)

氏名 (5847) 弁護士 鈴 江 武 彦

5. 自発補正

6. 補正の対象

明細書

特開昭58-75151(5)

7. 補正の内容

- (1) 明細書第10頁第13～15行目の「多量の試験ガスを～多量の成分が流入する」を下記の通り訂正する。

記

従来よりさらに高い圧力で圧入することにより多量の試験ガスを導入することができ、熱伝導度形ガス分析器に各々の成分が絶対量として多量に流入する。

- (2) 明細書第11頁第5～6行目の「多量の成分が流入する」を「各々の成分が絶対量として多量に流入する」と訂正する。